

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 792 190

(21) N° d'enregistrement national :

99 05006

(51) Int Cl<sup>7</sup> : A 61 K 7/00, A 61 K 7/48

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 16.04.99.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : SOPHIM Société à responsabilité limitée — FR.

(43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 20.10.00 Bulletin 00/42.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(72) Inventeur(s) : CECCHI GEORGES.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : BEAU DE LOMENIE.

### (54) PROCEDE DE FABRICATION D'UN EMOLLIENT NON GRAS A BASE DE CIRES-ESTERS.

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication d'un émollient non-gras à base de cires-esters, qui comprend les étapes suivantes:

- a) l'interestérification des triglycérides d'une matière grasse par un alcool en présence d'un catalyseur;
- b) l'élimination du catalyseur;
- c) la distillation de l'alcool résiduel en présence d'un agent décolorant et l'élimination de l'agent décolorant; et
- d1) soit la frigélisation du résidu décoloré;
- d2) soit l'hydrogénéation du résidu décoloré.



## Procédé de fabrication d'un émollient non gras à base de cires-esters

---

L'invention concerne le domaine de la chimie fine. Plus précisément, l'invention est relative à un procédé de fabrication d'un émollient non gras.

5 Les émollients sont abondamment utilisés en cosmétique et en pharmacie, pour rendre souple une peau sèche et pour en améliorer son élasticité. Le terme émollient désigne généralement un ensemble de perceptions transmises par le toucher et par la vue. Les perceptions induites par le toucher évoquent la douceur, l'élasticité et le pouvoir glissant. Les 10 perceptions induites par la vue évoquent le brillant et le mat.

Le nombre des émollients proposés par les fournisseurs de matières premières cosmétiques est considérable. Ces émollients se distinguent les uns des autres par leur nature chimique mais également par la résultante de deux grandeurs : l'émolllience à l'application et l'émolllience résiduelle. Il 15 existe ainsi des émollients à effet protecteur, d'autres à effet surgraissant, certains donnent l'impression d'un effet sec, d'autres enfin agissent comme des astringents.

La grande majorité de ces émollients est caractérisée par la présence d'acides gras à chaîne carbonée plus ou moins longue, linéaire ou ramifiée. 20 Ces acides gras sont eux-mêmes combinés sous forme d'esters, à des alcools à chaîne carbonée plus ou moins longue, linéaire ou ramifiée. Ce sont ces esters et leurs acides gras qui constituent la base de l'effet d'émolllience. On considère de manière générale qu'il existe dans cette catégorie d'émollient deux familles d'esters : ceux ayant une origine totalement naturelle, et ceux ayant une origine synthétique, la synthèse impliquant l'estérification de l'acide gras par l'alcool. Les esters de synthèse sont généralement fabriqués à partir d'acides gras saturés, ce qui leur confère une grande stabilité vis à vis de l'oxydation, mais leur enlève toute

possibilité de jouer un rôle par intégration dans les processus biosynthétiques se développant au niveau de l'épiderme. Il est en effet bien connu que les acides gras polyinsaturés (linoléique et linolénique) dits acides gras essentiels peuvent se transformer sous l'effet des enzymes que contient  
5 l'épiderme, en d'autres acides gras polyinsaturés, susceptibles entre autres actions de limiter la perte d'eau transépidermique. Cette limitation de perte d'eau garantit l'émolliente de la peau, et c'est cet effet d'émolliente particulier que l'on recherche dans les esters d'origine naturelle, tels que ceux que l'on trouve dans les huiles et graisses végétales, les huiles  
10 marines et certains corps gras animaux.

Tous ces corps gras sont constitués par un mélange d'esters qui sont des triglycérides ou triesters de glycérol et d'acides gras. C'est la nature des acides gras impliqués dans ces esters qui va donner sa consistance au corps gras résultant de leur mélange. Ainsi plus la composition de ces corps gras sera riche en acides gras saturés et plus leur consistance sera élevée au point d'obtenir des graisses ou des beurres plus ou moins concrets à 20°C. On obtient même des produits totalement solides à cette température avec des corps gras totalement hydrogénés. Inversement, plus la teneur en acides gras (mono- et poly-) insaturés sera importante, plus le corps gras aura tendance à être totalement fluide à 20°C.  
20

C'est le cas des huiles végétales, caractérisées par une composition en acides gras dont la teneur globale en acides gras insaturés est souvent supérieure à 85 %. La consistance liquide des huiles est un premier avantage qui va dans le sens de l'obtention d'un effet émollient. Il faut ajouter à l'effet de la consistance liquide celui des acides gras essentiels comme l'acide linoléique toujours présent dans les huiles végétales à des teneurs variables qui sont fonction de l'origine botanique des espèces oléagineuses dont elles sont issues. Comme nous l'avons déjà signalé précédemment, la  
25

transformation de cet acide linoléique en d'autres acides gras insaturés via un processus biosynthétique, se traduit par un effet hydratant important contribuant à maintenir l'épiderme dans un bon état d'émolllience. Il faut enfin tenir compte pour les huiles végétales de l'effet biologique important joué par  
5 les composants mineurs de leur insaponifiable tels que le squalène, les carotènes, les alcools triterpéniques et les phytostérols. Ces huiles peuvent par contre être totalement hydrogénées pour donner des corps gras solides émollients, ayant perdu leur activité biologique, mais oxydativement très stables et susceptibles de donner la consistance nécessaire à certaines  
10 crèmes.

Si tous ces avantages sont bien connus, il n'en demeure pas moins que les huiles végétales et les corps gras en général, présentent le grave désavantage de donner un toucher gras après leur application sur la peau en raison de leur faible vitesse de pénétration dans l'épiderme. On reconnaît de  
15 manière générale que la vitesse de pénétration percutanée d'une molécule est inversement proportionnelle à son poids moléculaire. On peut considérer que cette vitesse est encore relativement importante pour un poids moléculaire de 400 Dalton mais qu'au-delà elle commence à diminuer de manière sensible. Or le poids moléculaire des triglycérides des huiles  
20 végétales est centré autour de 870 Dalton, bien au-dessus de la limite de 400 Dalton. On comprendra donc facilement que les huiles végétales telles que celles utilisées dans les formulations cosmétiques et pharmaceutiques puissent laisser cette impression de gras donnée par les triglycérides qui ne pénètrent que très lentement dans la peau.

25 Le problème posé est donc de procurer un procédé de fabrication d'émollients dont le poids moléculaire des composants principaux soit situé autour de 400 Dalton, qui permette d'obtenir une préparation émolliente à toucher non gras à partir d'huiles végétales et de corps gras en général ; le

second objectif consiste à transformer les huiles végétales ou les corps gras en général et à purifier le produit de transformation dans des conditions telles que toute l'intégrité de leurs acides gras et de leur insaponifiable soit respectée, de façon à exploiter toutes les propriétés des corps gras sans 5 avoir l'inconvénient de leur toucher gras.

Ce problème est résolu par le procédé de l'invention, qui comprend les étapes suivantes :

- a) l'interestérification des triglycérides d'une matière grasse par un alcool en présence d'un catalyseur ;
- 10 b) l'élimination du catalyseur ;
- c) la distillation de l'alcool résiduel en présence d'un agent décolorant et l'élimination de l'agent décolorant ; et
  - d1) soit la frigélisation du résidu décoloré ;
  - d2) soit l'hydrogénéation du résidu décoloré.

15 Au sens de la présente invention, on entend par "matière grasse" une huile ou graisse végétale raffinée ou brute, éventuellement hydrogénée ; une huile marine raffinée ou brute, éventuellement hydrogénée ; ou un corps gras animal raffiné ou brut, éventuellement hydrogéné.

L'alcool utilisé dans l'étape d'interestérification peut notamment être 20 choisi parmi les alcanols en C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, les alcénols en C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> ou les alcools ramifiés en C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>. Ces alcools ramifiés sont des alcools susceptibles de porter des substituants alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>. Parmi les alcanols en C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, on choisit de préférence ceux en C<sub>4</sub>-C<sub>18</sub>, en particulier ceux en C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub> ; parmi les alcools ramifiés en C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>, on choisit de préférence ceux en C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>.

25 Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, on choisit l'alcool parmi le 1-hexanol, le 1-octanol, 1-décanol, le 1-octadécanol, l'alcool oléique ou l'hexyldécanol.

Avantageusement, on utilise à l'étape a) d'environ 30 % en poids à environ 150 % en poids d'alcool par rapport au poids de la matière grasse. A l'issue de la réaction d'interestérification, la teneur en alcool résiduel est généralement comprise entre environ 20 % en poids et environ 35 % en poids par rapport au poids de l'alcool de départ.

Le catalyseur utilisé pour mettre en oeuvre la réaction d'interestérification est de préférence une base alcaline, un alcoolate de métal alcalin, un métal alcalin ou un acide fort.

Avantageusement le catalyseur est choisi parmi la soude, le méthylate de sodium, le sodium métal ou l'acide toluène-4 sulfonique.

La réaction d'interestérification est généralement effectuée sous agitation pendant environ 0,5 heure à environ 10 heures, sous atmosphère inerte par exemple sous atmosphère d'azote, et à une température au moins égale à environ 100 °C et au plus égale à environ 200 °C.

Avantageusement, l'élimination du catalyseur à l'étape b), lorsque ce dernier est de type alcalin, est réalisée avec un excès d'environ 500 % par rapport à la quantité stoechiométrique d'un acide fort tel que l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique en solution aqueuse au moins N et au plus 5N, nécessaire à la neutralisation du catalyseur alcalin par agitation à température ambiante pendant au moins environ une demi-heure et au plus environ une heure. L'opération de neutralisation du catalyseur est ensuite suivie de lavages à l'eau, avec pour chacun desdits lavages fait sous agitation à une température comprise entre environ 80 °C et environ 100 °C, une quantité d'eau au moins égale à environ 10 % en poids et au plus à environ 20 % en poids par rapport au poids du produit à laver. Entre deux et quatre lavages sont généralement nécessaires pour arriver à la neutralité. Lorsque le catalyseur est un acide fort, son élimination est avantageusement réalisée par de simples lavages à l'eau. Pour réaliser ces lavages à une

température comprise entre environ 80 °C et environ 100 °C sous agitation, on utilise pour chaque lavage une quantité d'eau au moins égale à environ 10 % en poids et au plus à environ 20 % en poids par rapport au poids du produit à laver. On procède à autant de lavages que nécessaire pour obtenir  
5 une eau de lavage avec un pH neutre.

La distillation de l'alcool résiduel dans le produit neutralisé à l'étape c) est faite sous une pression absolue de l'ordre de 10 à 100 Pascal, à une température au moins égale à environ 65 °C et au plus égale à environ 210 °C, pendant une durée généralement au plus égale à environ 4 heures et de  
10 préférence égale à environ 2 heures. Avantageusement ladite opération de distillation est faite en présence d'une quantité d'agent décolorant comme notamment du charbon actif, au moins égale à environ 0,1 % en poids et au plus égale à environ 1% en poids du poids de produit à distiller. Après refroidissement total, l'agent décolorant est généralement séparé du résidu  
15 de distillation par simple filtration.

L'opération de frigélisation est faite à l'étape d1) par agitation du distillat décoloré, à une température comprise entre environ 10 °C et environ 14 °C, pendant une durée généralement au moins égale à environ 1 heure et au plus égale à environ 4 heures, après quoi le produit frigélisé est filtré.

20 Selon une alternative du procédé de l'invention, le produit (résidu) récupéré après distillation de l'alcool résiduel, est hydrogéné dans un réacteur sous une pression d'hydrogène de environ 1 à environ 20 bar, en présence d'un catalyseur tel qu'un catalyseur à base de nickel ou de palladium, à une température au moins égale à environ 100 °C et au plus à environ 220 °C, pendant une durée généralement au moins égale à environ 2 heures et au plus égale à environ 8 heures. La séparation du catalyseur se fait ensuite par simple filtration sur papier.  
25

Avantageusement, le produit obtenu à l'étape d1) ou d2) a une teneur en cires-esters (exprimée en pourcentage par rapport au poids du produit obtenu) comprise entre environ 55 % en poids et environ 95 % en poids, de préférence, entre environ 66 % en poids et environ 90 % en poids, et en particulier encore entre environ 70 % en poids et environ 80 % en poids.

Selon un autre aspect, l'invention est relative à un émollient non-gras à base de cires-esters susceptible d'être obtenu par le procédé décrit ci-dessus. Cet émollient présente les caractéristiques suivantes :

- liquide, solide, ou à consistance de graisse à 20 °C,
- 10 - parfaitement compatible avec l'épiderme,
- toucher sec et soyeux,
- grande facilité d'étalement,
- pénétration rapide dans l'épiderme.
- à propriétés dermatologiques identiques à celles de l'huile de départ.

De préférence, l'émollient non-gras conforme à l'invention est constitué d'un mélange de :

- 66 à 95 % en poids de cires-esters,
- 0,1 à 12 % en poids de triglycérides,
- 3 à 20 % en poids de diglycérides, et
- 20 - 1,5 à 10 % en poids de monoglycérides (le cumul des proportions des quatre composants représentant 100 %, aux insaponifiables près, ces derniers représentant généralement de l'ordre de 0,5 à 1,5 % en poids).

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples ci-après donnés à titre purement illustratif.

#### 25 Exemple 1

On verse 541 g d'huile d'olive raffinée dans un ballon à une tubulure. On rajoute ensuite 459 g d'alcool oléique et 0,41 g de soude aqueuse à 50 %. Après création d'un vide (5000 pa absolu) dans le ballon, on chauffe à

la température de 180 °C et on agite le contenu du ballon pour homogénéiser le milieu réactionnel. A l'arrivée à cette température, le vide est coupé et on pressurise avec de l'azote l'atmosphère entourant le milieu réactionnel. Après 6 heures de réaction à 180 °C, on refroidit le ballon.

5       **Exemple 2**

On verse 709 g d'huile d'amande douce raffinée dans un ballon à une tubulure, et on verse ensuite 291 g de 1-octanol ainsi que 1,4 g de méthylate de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, la température est montée à 100 °C. A l'arrivée à cette température, le vide est coupé et 10 l'atmosphère du ballon est légèrement pressurisée à l'azote. La température du ballon est alors portée à 170 °C et maintenue à cette température pendant 6 heures. Le ballon est alors refroidi à la température ambiante.

Exemple 3

On verse 670 g d'huile d'olive raffinée dans un ballon à une tubulure. 15 On rajoute 330 g de 1-décanol dans lequel a été dissout 0,5 g de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, on monte à la température de 125 °C. A l'arrivée à cette température, on pressurise légèrement l'atmosphère du ballon avec de l'azote. Après 30 minutes d'agitation à 125 °C, la réaction d'interestérification est arrivée au niveau souhaité.

20       **Exemple 4**

On verse 670 g d'huile de tournesol oléique raffinée dans un ballon à une tubulure. On rajoute 330 g de 1-décanol et 1,5 g d'acide toluène-4 sulfonique. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, on monte la température à 150 °C. A l'arrivée à cette température, on pressurise 25 légèrement l'atmosphère du ballon avec de l'azote. Après 6 heures d'agitation, la réaction d'interestérification est arrivée au niveau souhaité.

Exemple 5

On verse 756 g d'huile de saumon raffinée dans un ballon à une tubulure. On rajoute 244 g d'hexanol dans lequel on a dissout 0,5 g de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, on monte la température à 125°C. A l'arrivée à cette température, on pressurise 5 légèrement le ballon avec de l'azote. Après 30 minutes d'agitation, la réaction d'interestérisation est arrivée au niveau souhaité.

#### Exemple 6

On verse 496 g de graisse de beurre fondu dans un ballon à une tubulure, et on verse ensuite 504 g d'alcool oléique et 0,45 g de soude aqueuse à 50 %. Après création d'un vide de 5000 pa absolu dans le ballon, 10 on chauffe à la température de 180 °C et on agite le contenu du ballon pour homogénéiser le milieu réactionnel. A l'arrivée à cette température, le vide est coupé et on pressurise avec de l'azote l'atmosphère entourant le milieu réactionnel. Après 6,5 heures de réaction à 180 °C, on refroidit le ballon.

15           

#### Exemple 7

On verse 541 g de beurre de karité raffiné fondu dans un ballon à une tubulure. On verse ensuite 459 g d'hexyl-décanol ainsi que 1 g de méthylate de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, on monte la température à 170 °C. A l'arrivée à cette température, l'atmosphère du ballon 20 est légèrement pressurisée à l'azote. Après 7 heures la réaction est arrêtée.

#### Exemple 8

On verse 670 g d'huile de colza raffinée totalement hydrogénée, dans un ballon à une tubulure. On rajoute 330 g de 1-décanol dans lequel a été dissout 0,5 g de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, on monte à la température de 125 °C. A l'arrivée à cette température, on pressurise légèrement l'atmosphère du ballon avec de l'azote. Après 30 minutes d'agitation à 125 °C, la réaction d'interestérisation est arrivée au niveau souhaité.

**Exemple 9**

On verse 700 g d'huile de Macadamia dans un ballon à une tubulure, et on verse ensuite 300 g de 1-octanol dans lequel on a dissout 0,55 g de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, la température est 5 montée à 100 °C. A l'arrivée à cette température, le vide est coupé et l'atmosphère du ballon est légèrement pressurisée à l'azote. La température est alors portée à 170 °C et maintenue à cette température pendant 45 minutes. Le ballon est ensuite refroidi à la température ambiante.

**Exemple 10**

10 On verse 670 g d'huile de noisette raffinée dans un ballon à une tubulure. On rajoute 330 g de 1-décanol dans lequel a été dissout 0,5 g de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu, on monte à la température de 125 °C. A l'arrivée à cette température, on pressurise légèrement l'atmosphère du ballon avec de l'azote. Après 30 minutes 15 d'agitation à 125 °C, la réaction d'interestérification est arrivée au niveau souhaité.

**Exemple 11**

On verse 541 g d'huile d'olive raffinée dans un ballon à une tubulure, et on verse ensuite dans ledit ballon 459 g de 1-octadécanol dans lequel a 20 été dissout 0,6 g de sodium. Après création d'un vide de 5000 pa absolu dans le ballon, on chauffe à la température de 125 °C et on agite le contenu du ballon pour homogénéiser le milieu réactionnel. A l'arrivée à cette température, le vide est coupé et on pressurise avec de l'azote l'atmosphère entourant le milieu réactionnel. Après 6 heures de réaction à 180 °C, on 25 refroidit le ballon.

**Exemple 12**

Le produit obtenu à l'exemple 3 est soumis au traitement suivant. Le produit étant maintenu sous vide dans le ballon de réaction, on rajoute 50 ml

de solution aqueuse 2N d'acide sulfurique. On porte la température à 90 °C, on agite pendant 15 minutes et on laisse décanter. On soutire la phase aqueuse acide, on rajoute 100 ml d'eau, on agite pendant 10 minutes à 90 °C, puis on laisse décanter. On répète deux fois ce lavage à l'eau ce qui permet d'arriver à neutralité. On laisse totalement décanter le produit qui est ensuite totalement séché sous pression réduite à 95 °C. On récupère 960 g de produit auxquels on rajoute 2,4 g de charbon actif. Le mélange est distillé sous vide (70 pa) et sous microbullage d'azote, en chauffant progressivement le ballon de façon à ce que la température atteinte par le fluide en fin de distillation ne dépasse pas 180 °C. Le vide en cours de distillation se situe autour de 60 pa. La distillation est arrêtée au bout de 2 heures. On récupère dans le ballon de distillation 900 g de produit qui sont filtrés sur papier pour séparer le charbon actif. On obtient 880 g d'un produit liquide jaune qui laisse apparaître un léger précipité. 875 g de ce produit sont introduits dans un réacteur cylindrique équipé d'une double enveloppe extérieure permettant le passage d'un fluide refroidissant. Le liquide est progressivement refroidi à une température de 14,5 °C, par passage du fluide refroidissant porté lui-même à 14 °C dans la double enveloppe dudit réacteur de frigélisation, sous agitation pendant 4 heures, puis il est filtré. On obtient 850 g d'un liquide de couleur jaune, qui n'a pas d'odeur marquée, et qui est parfaitement limpide à 15 °C.

- Le produit obtenu après frigélisation et filtration comporte (pour 100 grammes de produit obtenu) :
- \* 82 grammes de cire ester,
  - \* 3 grammes de triglycérides,
  - \* 11 grammes de diglycérides,
  - \* 4 grammes de monoglycérides.

#### Exemple 13

Le produit obtenu à l'exemple 12 avant frigélisation est hydrogéné dans un réacteur agité, avec 1% de catalyseur à base de nickel déposé sur silice (25 % de nickel dans le catalyseur), sous une pression de 10 bar d'hydrogène, à 200 °C, pendant 6 heures. Après filtration du catalyseur, on 5 obtient un produit de couleur blanc-beige, ayant un point de fusion de 40 °C et un indice d'iode inférieur à 1.

La composition du produit est la même que celle du produit obtenu à l'exemple 12.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un émollient non-gras à base de cires-esters, qui comprend les étapes suivantes :
  - 5 a) l'interestérification des triglycérides d'une matière grasse par un alcool en présence d'un catalyseur ;
  - b) l'élimination du catalyseur ;
  - c) la distillation de l'alcool résiduel en présence d'un agent décolorant et l'élimination de l'agent décolorant ; et
  - 10 d1) soit la frigélisation du résidu décoloré ;
  - d2) soit l'hydrogénéation du résidu décoloré.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alcool utilisé à l'étape a) est un alcanol en C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, un alcénol en C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> ou un alcool ramifié en C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>.
- 15 3. Procédé selon la revendication 2, dans lequel ledit alcool est choisi parmi le 1-hexanol, le 1-octanol, le 1-décanol, le 1-octadécanol, l'hexylidécanol ou l'alcool oléique.
- 20 4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, dans lequel la quantité d'alcool utilisée est comprise entre environ 30 % en poids et environ 150 % en poids, par rapport au poids de la matière grasse.
- 25 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel le catalyseur utilisé à l'étape a) est choisi parmi une base alcaline, un alcoolate de métal alcalin, un métal alcalin ou un acide fort.

6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel le catalyseur est choisi parmi la soude, le méthylate de sodium, le sodium métal ou l'acide toluène-4-sulfonique.
- 5 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel la réaction d'interestérification est réalisée à une température comprise entre environ 100°C et environ 200°C, de préférence sous atmosphère inerte.
- 10 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel la teneur en alcool résiduel à l'issue de l'interestérification est comprise entre environ 20 % en poids et environ 35 % en poids, par rapport au poids de l'alcool de départ.
- 15 9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, dans lequel le catalyseur est éliminé à l'étape b) par lavage(s) à l'eau à une température comprise entre environ 80°C et environ 100 °C, éventuellement précédé(s) par un traitement avec un acide fort, jusqu'à ce que l'eau de lavage ait un pH neutre.
- 20 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, dans lequel la distillation de l'alcool résiduel à l'étape c) est réalisée à une pression de l'ordre de 10 à 100 Pascal et à une température comprise entre environ 65°C et environ 210°C.
- 25 11. Procédé selon l'un des revendications 1 à 10, dans lequel la distillation de l'alcool résiduel à l'étape c) est réalisée en présence d'une quantité d'agent décolorant comprise entre environ 0,1 % en poids et environ 1 % en poids, par rapport au poids de produit à distiller.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, dans lequel la frigélisation du résidu décoloré à l'étape d1) est réalisée à une température comprise entre environ 10°C et environ 14°C.

5

13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, dans lequel l'hydrogénéation du produit frigélisé ou du résidu décoloré est réalisée sous une pression d'hydrogène comprise entre environ 1 et environ 20 bar et à une température comprise entre environ 100°C et environ 220°C.

10

14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13, dans lequel le produit obtenu à l'issue de l'étape d1) ou de l'étape d2) a une teneur en cires-esters comprise entre environ 55 % en poids et environ 95 % en poids.

15

15. Emollient non-gras à base de cires-esters susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 14.

## REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

2792190  
N° d'enregistrement  
national

FA 575241  
FR 9905006

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1995, no. 3, 28 avril 1995 (1995-04-28) & JP 06 345617 A (NIPPON SAAFUAKUTANTO KOGYO KK), 20 décembre 1994 (1994-12-20) * abrégé *	1
A	WO 92 00268 A (VOGEL & NOOT INDUSTRIEANLAGENBAU GESELLSCHAFT M.B.H.) 9 janvier 1992 (1992-01-09) * page 3, alinéa 2 - page 4, ligne 1 * * page 4, alinéa 4 * * page 5, alinéa 2 - alinéa 5 * * page 7, alinéa 1 * * page 10 - page 11; revendications *	1
A	WO 90 15127 A (AG-SEED PTY LIMITED) 13 décembre 1990 (1990-12-13) * page 3, ligne 1 - ligne 7 * * page 7 - page 8; revendications *	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.7)
		C07C A61K
1		
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
5 janvier 2000		Kinzinger, J
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgarion non écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		